

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 63141559  
PUBLICATION DATE : 14-06-88

APPLICATION DATE : 05-12-86  
APPLICATION NUMBER : 61289910

APPLICANT : KOBAYASHI TAKESHI;

INVENTOR : MURAMATSU HIROAKI;

INT.CL. : A23L 1/221

TITLE : PRODUCTION OF INCLUSION COMPOUND OF SPICE COMPONENT

ABSTRACT : PURPOSE: To produce an inclusion compound of spice component in high inclusion rate and in high yield without change of quality of spice component, by including the spice component in cyclodextrin by the use of a supercritical carbon dioxide or liquefied carbonic acid.

CONSTITUTION: A spice component, e.g., ground naturally occurring material such as Japanese horseradish, mustard, etc., oleo-resin extracted from the naturally occurring material, essential oil obtained by steam distillation or synthetic spice, etc., is dissolved in supercritical carbon dioxide or liquefied carbonic acid at about 10–50°C under about 150–400atm. Then the prepared dissolution phase is brought into contact with powdery cyclodextrin while reducing pressure of the dissolution phase into about 0–120kg/cm<sup>2</sup> and the spice component in the dissolution phase is included in the cyclodextrin.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-141559

⑮ Int. Cl.<sup>4</sup>

A 23 L 1/221

識別記号

庁内整理番号

A-2104-4B

D-2104-4B

⑬ 公開 昭和63年(1988)6月14日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 香辛成分の包接化合物の製造方法

⑰ 特 願 昭61-289910

⑱ 出 願 昭61(1986)12月5日

⑲ 発 明 者	木 島	勲	愛知県半田市花園町2-12-6
⑲ 発 明 者	小 林	猛	愛知県名古屋市千種区下方町4-29
⑲ 発 明 者	谷 口	正 之	愛知県名古屋市千種区北千種1-9-5 沖田住宅RL-14
⑲ 発 明 者	今 井	慎 一	愛知県名古屋市南区明円町76-5
⑲ 発 明 者	村 松	弘 章	愛知県名古屋市中村区中村本町3-26
⑲ 出 願 人	金印わさび株式会社		愛知県名古屋市中川区八幡本通2丁目61番地
⑲ 出 願 人	小 林	猛	愛知県名古屋市千種区下方町4-29
⑲ 代 理 人	弁理士 染 谷	仁	

明 細 書

1. 発明の名称

香辛成分の包接化合物の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 香辛成分を高圧下、超臨界二酸化炭素または液化炭酸に溶解し、この溶解相を減圧しながら粉状のサイクロデキストリンと接触して溶解相中の香辛成分をサイクロデキストリンの包接化合物とすることを特徴とする香辛成分の包接化合物の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はわさび、からし等の香辛成分の包接化合物の製造方法に係り、特に香辛成分の変質がないため包接率が高く、かつ収率が高い香辛成分の包接化合物の製造方法に関する。

(従来の技術)

天然生わさび、からし等の天然材料を粉碎したもの、天然材料から抽出されたオレオレジンあるいは水蒸気蒸溜して得られたエッセンシャルオイル(精油)、合成香辛料等の香辛成分はサイクロデキストリンの包接化合物とすることにより、熱、光等に安定となり、酸化され難い等、天然状態が保持される。さらにこの包接化合物は香辛成分の除放性も良好なため、近年香辛成分の包接化合物の製造が広く開発されている。

このような香辛成分の包接化合物の製造方法として、従来、香辛成分であるオレオレジンまたはエッセンシャルオイルとサイクロデキストリンとを水の存在下に接触せしめ、このオレオレジンまたはエッセンシャルオイルをサイクロデキストリンへの包接化合物とする方法が知られている。(特開昭50-82262号公報参照)。

(発明が解決しようとする問題点)

しかし、上述の公知方法では包接すべき香辛成分が水と接触するため変質してしまい、このため包接率が低くなるという欠点を有していた。

また、上述の公知方法では溶媒として水を用いるためサイクロデキストリンと香辛成分の接触面積が小さく、このため包接化合物の収率が低いという欠点を有しており、この欠点を解消すべく従来、サイクロデキストリン水溶液と香辛成分の接触に際して、高速攪拌して香辛成分の油滴を小さくし、サイクロデキストリンとの接触面積を高めることが試みられたが、やはりそれでも収率は低かった。

本発明の目的は香辛成分の変質がなくて包接率が高く、かつ包接化合物の収率が高く、前述の公知技術に存する欠点を改良した香辛成分の包接化合物の製造方法を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

前述の目的を達成するため、本発明によれば、香辛成分を高圧下、超臨界二酸化炭素または液化炭酸に溶解し、この溶解相を減圧しながら粉状のサイクロデキストリンと接触して溶解相中の香辛成分をサイクロデキストリンの包接化合物とすることを特徴とする。

はこれらの合成香辛成分をいう。

次いで、バルブ4を開いて抽出器1中の溶解相を減圧弁5を通して0乃至120kg/cm<sup>2</sup>前後に減圧しながら分離器2に導入し、この分離器2中で溶解相を攪拌しながら粉状のサイクロデキストリンと接触して溶解相中の香辛成分をサイクロデキストリンの包接化合物とする。

ここで、サイクロデキストリンとは澱粉および澱粉の加水分解生成物にサイクロデキストリングリコシルトランスフェラーゼを作用させて澱粉のラセン構造を分解切断し、末端を結合したもので、6個(α-型)、7個(β-型)、8個(γ-型)、あるいはそれ以上のブドウ糖分子が環状に結合してなる物質をいう。

その後、放出弁6を開いて分離器2中の二酸化炭素を放出し、分離器2中に香辛成分の包接サイクロデキストリンを得る。

(作用)

前述の香辛成分は超臨界二酸化炭素または液化炭酸に溶解し、この溶解相が粉状のサイクロデキ

ストリンと接触するため、水との接触がなく、したがって、水による変質が起こらず、包接率が高くなる。

また、一般に超臨界二酸化炭素または液化炭酸は水溶媒に比較して粘度が低く、かつ固体への浸透が速い。このため、本発明では香辛成分を高圧下、超臨界二酸化炭素または液化炭酸に溶解することにより、香辛成分は細微粒子化されてサイクロデキストリンとの接触面積が大きくなるとともに速やかにサイクロデキストリンに浸透され、高収率で香辛成分の包接サイクロデキストリンとなる。

第1図は、本発明方法を説明するためのブロック図であって、この図面を参照にして本発明を説明する。

まず、包接すべき香辛成分をバルブ4を閉じた状態で抽出器1に充填して加温するとともにCO<sub>2</sub>ポンプ3から超臨界二酸化炭素または液化炭酸を導入し、高圧下、攪拌しながら香辛成分を超臨界二酸化炭素または液化炭酸に溶解する。

この温度ならびに圧力はCO<sub>2</sub>ポンプ3からの炭酸ガスが抽出器1中で超臨界二酸化炭素または液化炭酸の状態に達するような温度ならびに圧力であって、任意に選択されるが、好ましい範囲を示せば温度が10℃乃至50℃、圧力150乃至400気圧の範囲である。

ここで、香辛成分とは天然生わさび、にんにく、玉ねぎ、からし、しょうが、ブラックペッパー、ホワイトペッパー、シナモン、セロリ等の天然材料を粉砕したもの、これら天然材料から抽出して得られたオレオレジン、あるいは水蒸気蒸溜して得られたエッセンシャルオイル(精油)、あるいは

(実施例)

#### 実施例 1

天然西洋わさびを水蒸気蒸溜して得られたエッセンシャルオイルを第1図の抽出器1に5ml投入し、また、分離器2に粉状のβ-サイクロデキストリン50gを投入し、これら容器1、2をそれぞれ密閉する。次いで、バルブ4を閉じ、かつ抽出器1内の温度を35℃に保持して、この抽出器1に

CO<sub>2</sub>ポンベ3から二酸化炭素を200kg/cm<sup>2</sup>の圧力で導入し、攪拌しながら60分放置してエッセンシャルオイルを二酸化炭素中に溶解させた。このときの抽出器1内の二酸化炭素は超臨界二酸化炭素となっている。

次いで、バルブ4を開くとともに減圧弁5を100kg/cm<sup>2</sup>に調整し、抽出器1中の溶解相を100kg/cm<sup>2</sup>に減圧しながら分離器2に導入し、攪拌しながら60分間分離器2中のβ-サイクロデキストリンと接触して溶解相中のエッセンシャルオイルをβ-サイクロデキストリンの包接化合物とした。

その後、放出弁6を開いて、分離器2中の二酸化炭素を放出した。分離器2中にはエッセンシャルオイルの包接β-サイクロデキストリン49gが得られた。包接率8.0%、包接β-サイクロデキストリンの収率98%であった。

対照実験として次のような従来方法による実験を行った。すなわち、純水200mlにβ-サイクロデキストリン12.2g(50℃飽和)を加え煮沸溶解した。β-サイクロデキストリンが完全に溶解し

ペースト状にしたものを用いたことを除いて、実施例1と同様に実験を行った。包接率7.8%、包接β-サイクロデキストリンの収率98%であった。

#### 実施例 4

原料としてガーリックの鱗茎部をすりおろしたものを用い、抽出器1内の温度を20℃に保持し、CO<sub>2</sub>ポンベ3からの二酸化炭素の圧力を250kg/cm<sup>2</sup>にしたことを除いて実施例1と同様に実験を行った。このときの抽出器1内の二酸化炭素は液化炭酸となっている。包接率5.7%、包接β-サイクロデキストリンの収率98%であった。

#### (効果)

以上のとおり、本発明は香辛成分包接サイクロデキストリンの製造に際して水を用いずに超臨界二酸化炭素または液化炭酸を用いたから香辛成分の変質がなくて包接率が高く、かつ包接化合物の収率が高いという利点を有する。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法を説明するためのブロック

図なら、ホモミキサーラボディスパー脚部により攪拌しながら氷浴中で冷却した。さらに、冷却攪拌を続け、液温が約55℃まで下がったところでE1OH14ml(6.5%)に溶解したエッセンシャルオイル1mlを加え、冷却攪拌を1時間続けた。1時間後吸引濾過し、70℃で乾燥した。包接物の包接率3.2%、β-サイクロデキストリンの収率85%であった。

本発明方法は従来の対象実験と比較して、包接率、収率のいずれも高かった。このことは本発明方法では超臨界二酸化炭素を使用するため、水存在下での従来法と比べて水接触による香辛成分の変質、揮散が少ないことを意味している。

#### 実施例 2

原料として西洋わさびの主根部をすりおろしたものを用いたことを除いて、実施例1と同様に実験を行った。包接率7.7%、包接β-サイクロデキストリンの収率98%であった。

#### 実施例 3

原料として粉末マスタード150gに水を加えて

図である。

- 1・・・抽出器、 2・・・分離器、  
3・・・CO<sub>2</sub>ポンベ、 5・・・減圧弁。

特許出願人 金印わさび株式会社  
同 小 林 猛

代理人 弁理士 染 谷



第1図

